

CLIPPEDIMAGE= JP401148874A

PAT-NO: JP401148874A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 01148874 A

TITLE: PRODUCTION OF SUPER WATER-ABSORBING FIBER

PUBN-DATE: June 12, 1989

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
OTA, SHOZO	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TOYOB0 CO LTD	N/A

APPL-NO: JP62301303

APPL-DATE: November 28, 1987

INT-CL (IPC): D06M013/16;C08L001/26

US-CL-CURRENT: 8/120

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide a method for producing a super water-absorbing fiber having a good curd permeability and water-insoluble by carboxymethylating a cellulose fiber and subjecting it to crosslinking treatment by using a specific comp und

in a non-swelling solvent.

CONSTITUTION: This method comprises carbonylmethylating a cellulose fiber (pref.

regenerated cellulose) in the ratio of 1 to 3.5 mol/kg by using monochloroacetic acid, and treating it in a non-swelling solvent (pref. an

aliphatic alcohol) of the carboxymethylcellulose by using a compound of the

formula ((n) is 2 to 7) for crosslinking the vicinity of the surface of the

fiber into high density. The resultant fiber is insoluble and super absorbing,

adapted to sufficiently swell when absorbing water and broadly applicable to

sanitary materials and agricultural uses.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO

⑪ 公開特許公報 (A) 平1-148874

⑫ Int.Cl.⁴D 06 M 13/16
C 08 L 1/26

識別記号

L A J

庁内整理番号

7438-4L
6845-4J

⑬ 公開 平成1年(1989)6月12日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 超吸水性繊維の製造方法

⑮ 特願 昭62-301303

⑯ 出願 昭62(1987)11月28日

⑰ 発明者 太田 昌三 滋賀県大津市堅田2丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

⑱ 出願人 東洋紡績株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

明細書

(従来の技術)

従来、超吸水性繊維として、ポリアクリロニトリル繊維のけん化物（特開昭58-31113）や、再生セルロース中に吸水物質を分散したもの（特開昭49-61418、特開昭56-9418）またはセルロースを、カルボキシメチル化したもの（特開昭52-5393、特公昭60-15641、特開昭60-2707、特開昭60-60101）等が提案されている。しかしながら、ポリアクリロニトリル繊維のけん化物は、その膨潤速度が遅い為に吸水速度が遅いという欠点を有している。また再生セルロース繊維中に吸水物質を分散したものは吸水量が小さいという欠点を有している。セルロース繊維をカルボキシメチル化したものは、そのカルボキシメチル化の置換度が大きくなると水溶性となる。水溶性カルボキシメチル化セルロースの不溶化方法として、エトキシリル基を導入する方法（特公昭53-8751）、エピクロルヒドリンで架橋する方法（特開昭54-52189）、熱架橋を施す方法（特公昭56-43427）が知られているが、これらはいづれも、パルプ状カルボキシルメチル化セル

1. 発明の名称

超吸水性繊維の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) セルロース繊維をカルボキシメチル化した後下記一般式で示される化合物で架橋することを特徴とする超吸水性繊維の製造方法。

 $\text{HO} \left\{ \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} \right\}_n \text{H}$ (1)

(nは2~7の整数)

(2) 架橋処理をカルボキシメチル化セルロースの非膨潤性溶媒中で行なうことを特徴とする特許請求の範囲第一項記載の超吸水性繊維の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は衛生材料や農業用途や、土木用途といった分野で用いられる水に不溶性の超吸水性繊維に関する。さらに詳しくは、他の繊維材料と均一に混合しうる超吸水繊維に関する。

ロース短纖維に適用されているにすぎず、通常の纖維加工工程を通過しうる、水不溶性の超吸水性纖維の例はない。

(発明が解決しようとする問題点)

本発明はかかる従来技術の欠点、すなわち、吸水速度が早く、吸水量が大きく、水不溶性で、かつカード通過性が良好な超吸水材料を提供することが目的である。

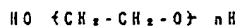
(問題を解決する為の手段)

本発明は、カルボキシル基を1.0モル/kg～3.5モル/kg、好ましくは2.0モル/kg～3.0モル/kg含有した水に対して不溶性のカルボキシメチル化セルロース系超吸水纖維に関するものである。カルボキル基含有量が1.0モル/kg以下のときは、充分な吸水倍率が得られない。また、3.5モル/kg以上のときは、水溶性となり、本発明の主旨とする超吸水性纖維とはいえない。

カルボキシメチル化セルロースは木綿等の天然纖維あるいは、再生セルロース纖維のいづれでも良いが、工程通過性あるいは均一な超吸水ファイ

バーを得るには、再生セルロースステーブルを、後加工によってカルボキシメチル化して得るのが望ましい。カルボキシメチル化は、従来公知の方法によって行なえる。すなわち、セルロース纖維をカソーソーダでアルカリセルロースにした後、モノクロロ酢酸でカルボキシメチル化する方法でよい。この時、カルボキシメチル化置換度(以下DS)は0.2以上(カルボキシル基含有量1.0モル/kg以上)が必要である。0.2以下であると水との親和性が小さく充分な吸水性能が得られない。DS0.2以上では、カルボキシメチル化セルロース纖維が部分的あるいは完全に溶解する。従って、不溶化のために架橋結合を行なう。本発明の特徴はカルボキシメチル化セルロース纖維の表面のみを架橋することにある。纖維中心部まで架橋を行なうと剛直な構造となり、吸水時の膨潤が妨げられ充分な吸水性能が得られない。

また本発明においては架橋剤として下記一般式で示される化合物を用いることを特徴とする。



(I)

(nは2～7の整数)

nが2未満の場合架橋結合が生じずカルボキシメチル化セルロース纖維の不溶化に到らない。またnが8以上の場合は、架橋網目構造が大きくなり、電解質水溶液(生理食塩水)中では正イオンが自由に網目に入り込み、負イオンの反撥力を減少させ、纖維が充分膨潤できなくなり結果として吸水倍率が減少する。

架橋結合は予め導入されたカルボキシル基と架橋剤の水酸基との間に生成する。多量の架橋結合が生成すると最初に導入したカルボキシル基が減少しそぎるので吸水効果にマイナスの効果が現れる。それゆえ、架橋結合の導入量は予めの導入したカルボキシル基量の約20%までが消費される程度がよい。

また本発明ではこの架橋処理をカルボキシメチルセルロースの非膨潤性溶媒中で行なうこととする。すなわち非膨潤性の溶媒中で架橋することによって、カルボキシメチル化セルロース纖維の表面近付を高密度に架橋できる。

これによって水を吸収した時に充分膨潤し、しかも不溶性の超吸水性纖維が得られる。

ここでいう非膨潤性の溶媒とは(I)式で示される化合物を溶解し、しかもこの化合物およびカルボキシメチル化セルロースと反応性を示さないカルボキシメチル化セルロースを膨潤させない溶媒ならいづれも良いが例えば、脂肪族アルコール、芳香族アルコール、エーテル、ケトン、炭化水素、などがあげられるが、溶解性および架橋反応のし易さから脂肪族アルコールを用いるのが望ましい。

処理方法としては、化合物(I)の上記溶媒溶液中にカルボキシメチル化セルロース纖維を浸漬し、加熱する方法が、あげられるが、本発明は必ずしも、この方法に限定されるものではない。

浸漬法による場合、一般式(I)で示される化合物の3～20%溶液で40～100℃、10分～180分処理する。夫々の条件の組み合わせは濃度、温度、時間で決定する。

(吸水倍率)

試料約0.5gを精粹(H₂O)し、不織布製袋に入れ、

0.9% 食塩水 500 ml 中に 30 分間浸漬する。30 分間空中に吊るして水切り後、秤量する (W_1)。

吸水倍率を次式によって求める。

$$\text{吸水倍率} = \frac{(W_1) - (W_0) - (A)}{(W_0)}$$

A : 不織布製袋のみの吸水後重量
(カルボキル基含有量)

酸塩基滴定法によって求めた。

(織維の均一混合可能性)

得られた織維ウェブをカージングし、そのネットおよび落綿によって、カード通過性を調べ、織維混合性的尺度とした。

(実施例)

実施例 1

1.5" × 51" のポリノジックステーブルファイバーを次の要領でカルボキシメチル化した。

力性ソーダ	11.5 g
モノクロ酢酸	11.5 g
水	272 ml
イソプロパノール	1650 ml

0.82 (カルボキシル基含有量は 4.2 モル / kg) であった。この織維を実施例 1 の方法で架橋した結果を表 1 に示す。

比較例 4

実施例 1 で得られた DS 0.62 (カルボキシル基含有量 3.2 モル / kg) のカルボキシメチル化セルロース織維を 37% ホルマリン 5%、塩化マグネシウム 6 水塩 1.0% 溶液を織維重量の 60% 付与し乾燥後 150°C × 5 分熱処理してホルムアルデヒド架橋を導入した。結果を表 1 に示す。

上記浴中にファイバー 40 g を投入後 70°C × 3 hr 处理した後、メタノール洗浄し、風乾した。得られたカルボキシメチル化セルロース織維は水に完全溶解し、その DS は 0.62 (カルボキシル基含有量 3.2 モル / kg) であった。

実施例 2 ~ 4、比較例 1 ~ 2

上で得られたカルボキシメチル化セルロース織維を表 1 に示した架橋剤の 5% メタノール溶液中で 65°C × 60 分間処理を行なった。この時の浴比は 1 対 50、結果を表 1 に示す。

比較例 3

1.5" × 51" のポリノジックステーブルファイバーを次の要領でカルボキシメチル化した。

力性ソーダ	12 g
モノクロ酢酸	12 g
水	60 ml
イソプロパノール	200 ml

上記浴中にファイバー 5 g を投入後 70°C × 3 hr 处理した後、メタノール洗浄し、風乾した。

得られたカルボキシメチル化セルロースの DS は

第 1 表	架橋剤 一粒式(1)中 がけ率の基 のカゴの量 (ml/kg)	溶解性 (脱水なし)(脱水あり)	吸液倍率 (脱水なし)(脱水あり)	カルボキシメチル化セルロース織維	
				実験例 1 なし	実験例 2 なし
実験例 1 なし	—	3.2 可溶	9.0**	—	×
実験例 2 ジオランジオ-4	2 不溶	31.9 19.5	O	O	O
実験例 3 PEG # 200	4~5 不溶	27.2 1	O	O	O
実験例 4 PEG # 300	6~7 不溶	25.6 1	O	O	O
比較例 1 ジオランジオ-4	1 可溶	11.8**	△	△	△
比較例 2 PEG 1500	10~13 不溶	22.3 11~12	O	O	O
比較例 3 ジオランジオ-4	2 可溶	9.5**	△	△	△
比較例 4 ジオランジオ-4	— 不溶	12.0 5.0	O	O	O
比較例 5* なし	— 不溶	11.0 2.5	O	O	O

* 実験例に用いた未處理ポリノジックファイバー
** 可溶性であるため正確な値は測定できない
*** 紙ではさんで 25 g / ml の両面をかけて脱水

(発明の効果)

本発明によってカード通過性の良い、水不溶性の吸水量が20倍以上のカルボキシメチル化セルロース繊維がえられた。

特許出願人 東洋紡績株式会社